

⑩ 日本国特許庁(JP) ⑪ 特許出願公告
⑫ 特許公報(B2) 昭63-16325

⑬ Int. Cl.⁴ 識別記号 庁内整理番号 ⑭ 公告 昭和63年(1988)4月8日
C 01 B 21/087 7508-4G
// C 01 B 21/068 Z-7508-4G
発明の数 2 (全8頁)

⑮ 発明の名称 無機ポリシラザン及びその合成方法

前置審査に係属中

⑯ 特 願 昭58-247240

⑰ 公 開 昭60-145903

⑱ 出 願 昭58(1983)12月29日

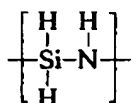
⑲ 昭60(1985)8月1日

⑳ 発 明 者 磯 田 武 志 埼玉県新座市東北1丁目11番地の5
㉑ 発 明 者 新 井 幹 郎 埼玉県入間郡大井町大字亀久保1902番地の5
㉒ 出 願 人 東亜燃料工業株式会社 東京都千代田区一ツ橋1丁目1番1号
㉓ 代 理 人 弁理士 滝田 清暉
審 査 官 柳 和 子
㉔ 参 考 文 献 米国特許4397828 (U S, A)

1

㉕ 特許請求の範囲

1 一般式 SiH_2X_2 (式中Xはハロゲン原子)で示されるジハロシランと塩基とを反応させてジハロシランのアダクトを形成させたのち、該ジハロシランのアダクトとアンモニアとを反応させることにより合成される無機ポリシラザンであつて、該無機ポリシラザンは、一般式、



で表される繰り返し単位を有する直鎖状構造を包含し、690~2000の分子量を持ち、1分子中に3~10個の SiH_2 基を有し、化学分析による元素比率がSi:59~61、N:31~34及びH:6.5~7.5の各重量%であり、並びに溶媒可溶でかつ溶媒の除去直後に固化することを特徴とする無機ポリシラザン。

2 一般式 SiH_2X_2 (式中Xはハロゲン原子)で示されるジハロシランとアンモニアとから無機ポリシラザンを合成する方法において、上記ジハロシランと塩基とを反応させてジハロシランのアダクトを形成させ、次いで該ジハロシランのアダクトとアンモニアとを反応させて上記無機ポリシラザンを形成させることを特徴とする無機ポリシラザンの合成方法。

2

発明の詳細な説明

《産業上の利用分野》

本発明はポリシラザン及びその合成方法に関する。更に詳しくは、本発明は窒化珪素を製造するための前駆体として使用することのできる無機ポリシラザン及びその合成方法に関する。

《従来技術》

窒化珪素焼結体は、高温強度、耐熱衝撃性、耐酸化性に優れているため、ガスタービン、ディーゼルエンジン等の高温構造材料として、或いは切削用バイト等、省エネルギー、省資源に多大の寄与をし得る高性能材料の一つとして重要である。

従来、窒化珪素の製造方法としては、①金属シリコン粉末を窒素又はアンモニア気流中で、1300℃~1500℃で加熱して直接窒化するシリコン直接窒化珪素焼結法、②シリカ又は含シリカ物質を炭素と共に窒素雰囲気下で加熱し、尿素でシリカを還元して、生成するケイ素と窒素とを反応させるシリカ還元法、③四塩化珪素とアンモニアとを高温で直接反応せしめる気相合成法、④四塩化珪素をアンモノリスして得られるシリコンジイミドを非酸化性雰囲気中で加熱して窒化珪素を得るイミド熱分解法等が採用されている。

しかしながら、上記①の方法の場合には、反応時間が長く、加熱工程が煩雑である上、得られる窒化珪素は粗大で不純物を多く含むβ型窒化珪素が主体であり、②の方法の場合には、原料の精製

が困難なばかりでなく、反応時間が長く、得られる生成物は α 型窒化珪素と β 型窒化珪素の混合系であり、③の方法の場合には、生成した窒化珪素は一般に非晶質であり、④の方法の場合には、高純度の α 型窒化珪素を収率よく製造し得るという利点があるものの、窒化珪素前駆体であるシリコンジイミド $[\text{Si}(\text{NH})_2]_x$ は溶媒に溶けないために実質的に用途が限定されざるを得ない等の欠点があった。

更に、最近、有機ポリシラザンを熱分解して得られるポリシラザンを 800°C ～ 2000°C で加熱して窒化珪素を焼成する方法も提案されている（斎藤肇、繊維学会誌第38巻第1号第65頁～第72頁（1982年））が、この方法では窒化珪素と同時に炭化珪素や遊離の炭素が生成するという欠点があった。

一方、溶媒に可溶である無機ポリシラザンは、1921年にA. Stock等によつて合成されており（A. Stock and K. Somieski, Ber. dt. Chem. Ges., 第54巻第740頁（1921年））、1982年にはSeyferth等によつて（D. Seyferth and G. H. Wiseman, C. Prud'Homme, J. Am. Ceram. Soc., 第66巻、第C-13頁（1983年））、これが窒化珪素前駆体として有用であることが証明されている。本発明者等は、かかる観点に注目し無機ポリシラザンを加熱処理することにより、高純度の α 型窒化珪素を得る方法を提供した（特開昭59-207812号公報）。

しかしながら、従来の無機ポリシラザンの製造方法においては、何れの場合も気化性の高いジクロロシランを原料として用いるために、①反応装置のガス配管又は反応器壁に生成したポリシラザンが固着してガス流路を閉塞する恐れがあること、②上記弊害を防止するためジクロロシランの飛散を抑制する必要があること③ジクロロシランは毒性及び引火性が強いので低温密閉容器に入れて利用せねばならない等取扱が煩雑であること等の欠点があった。更に、合成されたポリシラザンはA. Stock等の場合には、 $-(\text{SiH}_2\text{NH})_n-$ の構造を有する $n=7\sim 8$ のオリゴマーにすぎず（A. Stock and K. Somieski, Ber. dt. Chem. Ges., 第54巻、第740頁（1921年））、常温では粘性のある液体であり、D. Seyferth等の場合にはA. Stock等の場合より複雑な構造を有し、 $\text{Si}-\text{H}/\text{N}-\text{H}$ の

プロトン比が約3.3の油状液体であるが、約 200°C で加熱するか室温で3日～5日放置することによる固化するものであり（D. Seyferth, G. H. Wiseman, C. Prud'Homme, J. Am. Ceram. Soc., 第66巻、第C-13頁（1983年））、いずれのポリシラザンの場合であつても、常温で速やかに賦形化する、窒化珪素焼結体のための前駆体として十分な性質を有していると言えるものではなかつた。

《発明が解決しようとする問題点》

しかしながら、上記の如き従来の製造方法により得られる無機ポリシラザンは、反応溶媒に可溶であるが溶媒除去後も粘性油状体であり、速やかに固化し得るものではない。従つて、このような無機ポリシラザンは常温での賦形化が困難であり、用途が極めて制限されたものである。

又、従来提案されている無機ポリシラザンの合成方法においては、高い分子量のものを収率良く合成することは困難であり、より良い合成方法の開発が望まれていた。

従つて、本発明は、反応溶媒に可溶であるが、溶媒除去後は、速やかに固化し常温で賦形化可能な新規無機ポリシラザンを提供することを目的とする。

更に、本発明は、高純度の窒化珪素の前駆体として有用な無機ポリシラザンを提供することを他の目的とする。

又、本発明は、賦形化窒化珪素に転化可能な無機ポリシラザンを提供することを他の目的とする。

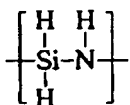
その他、本発明は、反応溶媒可溶で、溶媒除去後速やかに固化し、賦形化可能な、新規無機ポリシラザンを容易に収率よく合成する方法を提供することを目的とする。

更に、本発明は、高純度窒化珪素の前駆体として有用な無機ポリシラザンを容易に収率よく合成する方法を提供することを他の目的とする。

又、本発明は、賦形化窒化珪素に転化可能な無機ポリシラザンを容易に収率よく合成する方法を提供することを他の目的とする。

《問題を解決するための手段》

本発明の上記の諸目的は、一般式、



で表される繰り返し単位を有する直鎖状構造を包
含し、690~2000の分子量を持ち、化学分析によ
る元素比率がSi: 59~61、N: 31~34及びH:
6.5~7.5の各重量%であり、溶媒可溶でかつ溶媒
の除去直後に固化することを特徴とする無機ポリ
シラザンの創出によって達成された。

そして上記の如き、化学構造上の特異性を有す
る無機ポリシラザンは、一般式 SiH_2

X_2 (式中Xはハロゲン原子)で示されるジハロ
シランと塩基とを反応させてジハロシランのアダ
クツを形成させたのち、該ジハロシランのアダク
ツとアンモニアとを反応させることにより合成さ
れる。

一般にハロシランは酸性であり、塩基と反応し
てアダクツを形成することができる。このアダク
ツの形成速度及びアダクツとしての安定性は、ハ
ロシランの酸性の強さと塩基性物質の塩基性の強
さや立体因子等に依存するので、本発明において
は、アダクツとして安定である一方、アンモニア
と反応して無機ポリシラザンを容易に製造するこ
とのできるアダクツを容易に生成せしめるよう
に、ハロシランの種類と塩基の種類を適宜選択す
る。この場合のアダクツの安定性は、必ずしも、
アダクツとして単離できる程度の安定性を意味す
るものではなく、溶媒中で安定に存在する場合の
みならず、実質的に反応中間体として機能するす
べての場合を包含する。

本発明において使用するハロシランとしては、
その取扱い性や反応性の観点から、一般式
 SiH_2X_2 (X=F、Cl、Br、I)で表されるジハ
ロシランを選択することが好ましく、反応性及び
原料価格等の観点から、特にジクロロシランを使
用することが好ましい。

本発明で使用するこのできる塩基は、ハロシ
ランとアダクツを形成する反応以外の反応をしな
い塩基であり、このような塩基としては例えば、
ルイス塩基、3級アミン類(トリアルキルアミ
ン)、ピリジン、ピコリン及びこれらの誘導体、
立体障害性の基を有する2級アミン類、フォス
フィン、スチビン、アルシン及びこれらの誘導体等

(例えばトリメチルフォスフィン、ジメチルエチ
ルフォスフィン、メチルジエチルフォスフィン、
トリエチルフォスフィン、トリメチルアルシン、
トリメチルスチビン、トリメチルアミン、トリエ
チルアミン、チエフエン、フラン、ジオキサン、
セレンオフェン、等)を挙げることができるが、中
でも、低沸点でアンモニアより塩基性の小さい塩
基(例えばピリジン、ピコリン、トリメチルフォ
スフィン、ジメチルエチルフォスフィン、メチル
ジエチルフォスフィン、トリエチルフォスフィ
ン、チエフエン、フラン、ジオキサン、セレンオ
フェン、等)が好ましく、特にピリジン及びピコ
リンが取扱上及び経済上から好ましい。使用する塩
基の量は、特に厳密である必要はなく、アダクツ
中のアミンを含めて、シランに対して化学量論的
量、即ちアミン:シラン=2:1より過剰に存在
すれば足りる。

本発明のアダクツを経由する無機ポリシラザ
ンの合成方法の実施態様としては、第1に上記のハ
ロシランと塩基を反応せしめて生成したアダクツ
を反応溶媒に加える方法、第2にハロシランを塩
基を含有する反応溶媒に加える方法、第3にハロ
シランを塩基溶媒に加える方法を挙げることがで
きるが、この場合反応溶媒の選択は、非反応性の
溶媒の中からポリシラザンの溶解度のみに着目し
て行うことができ、ハロシランの溶解度を考慮せ
ずに広い範囲から選択することができる。

本発明で使用する溶媒としては、軽質溶媒(例
えばヘキサン、ベンゼン、ピリジン、塩化メタ
ン、エーテル、アセトニトリル等)が好ましい
が、特に好ましいものとして例えばピリジン及び
塩化メタンを挙げることができる。

アダクツを経由する本発明のポリシラザンの合
成方法においても、本質的にはハロシランとアン
モニアとを非反応性溶液中で反応させ重合せしめ
るものであるから、アンモニアは本発明の合成方
法において必須である。しかしながら、その使用
量は厳密なものではなく、シランに対して過剰に
あれば良い。

本発明のポリシラザンの合成における反応条件
は、反応温度が -78°C ~ 100°C 、好ましくは -40°C
~ 80°C であれば、反応速度が大きいために反応
時間にも反応圧力にも特に制限されることがな
い。反応温度が -78°C 以下の場合には、反応溶媒

に可溶なポリシラザンの収率が低下し、又反応温度が100℃以上の場合には、生成したポリシラザンが再び分解するので好ましくない。

上記無機ポリシラザンの重合反応は不活性ガス雰囲気下に行うのが好ましく、不活性ガスとしては窒素又はアルゴンが好適である。

本発明の上記の如き反応操作によつて脱ハロゲン化水素縮合反応が起こり、生成したポリシラザンは溶媒中に溶解している。副生したアンモニウム塩は例えば濾別することによりポリシラザン溶液と容易に分離することができる。次に、該ポリシラザン溶液から溶媒を除去すると無色透明な液状から無色固体状に至る無機ポリシラザンが得られる。又該液状無機ポリシラザンは室温状態で放置することにより半透明固体状の無機ポリシラザンとなる。

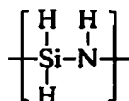
このようにして得られた無機ポリシラザンの赤外吸収 (IR) スペクトル (ヌジヨール法) は、第1図に示す如く、波数 (cm^{-1}) 3380、1175のNHに基づく吸収；2160、1000、860の SiH_2 に基づく吸収；並びに915の Si-N-Si に基づく吸収を示している。

又、 ^1H -核磁気共鳴 (NMR) スペクトル (CDCl_3 溶媒) は、第2図に示す如く、 SiH 領域では、 δ が4.72ppmの SiH_2 及び/又は $\text{SiH}(\text{SiH}_2)$ と略称) と δ が4.3ppmの $\text{SiH}_2(\text{SiH}_2)$ と略称) に基づく二つの吸収があり、NH領域では δ が1.33ppmのNHに基づく吸収が表れることを示している。

このスペクトルからみて、本発明のポリシラザンは、後述の実施例においても示す如く SiH_2 基が著しく多いという特異的な構造を有するものであることがわかる。

本発明のポリシラザンの化学分析による元素比率はSi：59～61、N：31～34及びH：6.5～7.5の各重量%である。

上記赤外吸収スペクトル、 ^1H -核磁気共鳴スペクトル及び化学分析の結果は、本発明のポリシラザンが主として



で表される繰り返し単位を有する直鎖状構造を包含するものであることを示す。

本発明にかかるポリシラザンの蒸気圧降下法によつて測定した分子量は690～2000の範囲である。

本発明においては、上記の如き合成法にて得ることのできるポリシラザン化合物を窒素の存在下で加熱処理し、高純度で且つ α 型結晶構造比の高い、つまり、 α 型結晶構造比が70%以上の窒化珪素を製造することもできる。本発明で言う窒素の存在下とは、アンモニア単独、窒素単独あるいは窒素と不活性ガスとの混合ガス例えば窒素と水素、窒素とアンモニア、窒素とアルゴンあるいは含窒素分解ガス、例えばアンモニア分解ガス等を意味し、窒素元素を含むことを必須とするものである。混合ガスを用いる場合、その割合を特に制限するものではないが、窒素元素を過剰に含むものであることが望ましい。

窒化珪素焼結体の原料粉末としての窒化珪素は、一般に高純度で且つ α 型結晶構造を持つことが好ましい。これは、 α 相を原料に用いると焼結処理中に α 相 \rightarrow β 相への転移が起こり、その結果として焼結性の向上及び繊維状組織の発達が見られ、高強度の窒化珪素焼結体が得られるからである。本発明によつて合成したポリシラザンを用いて、70%以上が α 型であつて焼結性が極めて優れた窒化珪素を高収率で得るためには、加熱処理温度を特に1000℃～1100℃といった限られた範囲内にしなければならない。

加熱処理温度が例えば500℃以下といった極端に低い温度の場合には、未反応の塩素や水素の除去が不完全で、得られた窒化珪素中に塩素や水素を含むこととなり、又処理温度が1900℃を超えると生成した窒化珪素が解離することとなり、いずれも好ましくない。又、処理温度が上記の如き温度でないとしても、本発明で得たポリシラザンを700℃から1000℃未満で処理すれば、主として非晶質の窒化珪素及び珪素の混合物が得られ、又1100℃を超え1900℃以下の温度で処理すれば主として β 型の窒化珪素が得られることとなり好ましくない。

加熱処理の時間は、加熱によつて副生する水素の生成が停止する時間が一応の目安となるが、高温では比較的短く、低温では比較的長く、又、結晶を熟成するためには比較的長くするが、特に制

限するものでない。好ましい加熱処理時間は、8時間～20時間、特に好ましくは10時間～16時間である。

又、加熱炉内で窒素雰囲気下でポリシラザンを加熱処理する時、非酸化物材料例えば窒化珪素、炭化珪素、タンタル、モリブデン等で作られた炉材を用いることが望ましい。

以上の条件によつて初めて窒素含有率39%以上、塩素含有率0.001%以下の高純度の、かつ70%以上が α 型結晶構造体とされる窒化珪素を得ることができる。又、必要ならば窒化珪素の焼結促進に有効であると知られている元素、例えばMg、Y、Fe、B等を含有した窒化珪素を得ることができる。

《発明の効果》

本発明においては、固体状で安定に反応溶媒中に存在し得るジロハロシランのアダクツとアンモニアを実質的な原料として無機ポリシラザンを合成するために、従来のジロハロシランを直接の原料とする場合に生ずるハロシランの飛散や反応装置の閉塞等の不都合を防止することができるのみならず、(1)ハロシランの飛散がないので反応温度を従来以上に上げることができ、(2)反応物中にハロシランの濃度を実質的に高めることができる等の理由から無機ポリシラザン合成の反応速度を高めることができる。又、アダクツを経由せしめることにより、無機ポリシラザンの重合反応が容易となり、収率及び分子量を大幅に向上せしめることができる上、未反応のアダクツは濾過等により、容易に、生成した無機ポリシラザンと分離することができるので、本発明の無機ポリシラザンの合成方法は作業性が良く、従来の方法より極めて優れた方法である。

更に、本発明においては、粘性油状の無機ポリシラザンからガラス状の無機ポリシラザン迄、所望に応じて容易に合成することができ、この無機ポリシラザンは反応溶媒を除去することにより、速やかに固化するので賦形化することができる。このように賦形化した場合には、それを加熱処理することにより全く新規な賦形化窒化珪素を得ることができるので、かかる観点からも本発明は極めて有益である。そして、上記の性質を利用すれば本願発明によるポリシラザンは、繊維はいうまでもなく、従来のポリシラザンでは達成されな

かつた種々の用途、例えば、セラミックスの稠密化剤、セラミックス粉体又は繊維の結合剤又はセラミックス構造体の表面被覆剤に用いることができる。

以下、実施例により本発明を更に詳述するが、本発明はこれにより限定されるものではない。

《実施例》

実施例 1

内容積300mlの四つ口フラスコにガス吹き込み管、メカニカルスターラー、ジュワーコンデンサーを装着した。反応器内部を脱酸素した乾燥窒素で置換した後、四つ口フラスコに脱気した乾燥ピリジン150mlを入れ、これを氷冷した。次に、ジクロロシラン16.1gを50分間かけて加えたところ、白色固体状のアダクツ ($\text{SiH}_2\text{Cl}_2 \cdot 2\text{Py}$) が生成した。反応混合物を氷冷し、激しく攪拌しながら、ソーダライム管及び活性炭管を通して精製したアンモニア10.9gを窒素ガスと混合して、1時間かけて吹き込んだ。

反応終了後、固体生成物を遠心分離した後、更に濾過して除去した。濾液から溶媒を減圧除去 (50°C 、5mmHg、2時間) すると、ガラス状固体ポリシラザン5.52gが得られた。得られたポリシラザンの赤外吸収スペクトル及び ^1H -核磁気共鳴スペクトルは第1図及び第2図に示した通りのものであった。核磁気共鳴分析では、生成物溶液中の反応溶媒 (ピリジン) を、測定溶媒 (CDCl_3) で置換して使用した。生成物はこの測定溶媒に可溶であった。この ^1H -核磁気共鳴スペクトルによればSiH領域において δ が4.72ppmのSiH、 δ が4.3ppmのSiHに基づく吸収があり、NH領域では δ が1.33ppmのNHに基づく吸収が表れた。これらの吸収スペクトルから第1表に示す如く、 $\text{SiH}_2/\text{SiH}_3 = 3.7$ 、 $(\text{SiH}_2 + \text{SiH}_3)/\text{NH} = 4.8$ であることが読み取られ、この結果1分子中のSiH₃基の数が7.1と算出された。

又、化学分析による元素組成 (重量%) は、Si : 61.0、N : 31.0、H : 7.0であり、蒸気圧降下法による分子量は2000であった。又、収率は77%と高収率であった。

本実施例で得られたポリシラザンをジクロロメタンに溶解したポリシラザンの濃厚溶液を、ノズルから窒素雰囲気中 25°C に保った容器に吐出させた後、減圧下 25°C で3時間保持して溶媒を除去

し、繊維状ポリシラザンを得た。次いで、得られた繊維状ポリシラザン0.3gを、アルミナの管状炉内、窒素気流中で、1時間で120℃から1100℃まで昇温しそのまま4時間保持した。室温迄放冷した後得られた生成物は、繊維状の薄褐色固体であつた。この固体は、化学分析の結果、珪素含有率39.5%、塩素含有率0.001%以下であり、 α 相含有率80%の窒化珪素であることが、粉末X線回折によつて確認された。

この結果は、本発明で合成した無機ポリシラザンが常温で容易に賦形化し、これによつて、賦形化窒化珪素焼結体が得られることを実証するものである。

実施例 2

実施例1で使用した装置の他に滴下ロートを用いて、これに脱気した乾燥ピリジン52ml及びジクロロメタン40mlを入れた。四つ口フラスコに脱気した乾燥ジクロロメタン110mlを入れ、これを氷冷した後、ジクロロシラン (SiH_2Cl_2) 16.1gを加えた。氷冷を続けながら上記のピリジン溶液をジクロロシランに20分間かけて滴下した。白濁した反応混合物を激しく攪拌しながら、精製したアンモニア10.9gを窒素ガスと混合して1時間かけて吹き込んだ。反応中、ガス流路に粉霧は全く発生しなかつた。

反応混合物を実施例1と全く同様に処理すると、極めて粘性の高い油状ポリシラザン4.92gが得られた。本実施例の場合にも収率は68%であり、従来法の場合より極めて良いことが確認された。得られた油状のポリシラザンを放置しておくと、室温下10分以内でガラス状固体となり、室温で賦形化するのに好都合であることが確認された。

また、上記油状ポリシラザンを実施例1と同様に ^1H -核磁気共鳴分析に供したところ、第1表に示す如く、 $\text{SiH}_A/\text{SiH}_B = 2.9$ 、 $(\text{SiH}_A + \text{SiH}_B)/\text{NH} = 4.5$ の結果を得た。この分析結果から1分子中の SiH_2 基の数は3.9と算出された。

比較例 1

実施例1と同一の装置を用いた。四つ口フラスコに脱気乾燥したジクロロメタン150mlを入れ、これを氷冷した後ジクロロシラン16.1gを加え

た、この溶液を氷冷しながら、精製したアンモニア10.9gを窒素との混合ガスとして1時間かけて吹き込んだ。反応中、ガス流路に粉霧が発生したのでガス流路を時々たいて閉塞を防いだ。

5 反応混合物を実施例1と全く同様に処理すると、粘性油状ポリシラザン3.3gが得られた。収率は46%であり、本発明の方法の場合より極めて低いものであつた。粘性油状ポリシラザンに CDCl_3 溶媒を加えたところ、ポリシラザンは全量溶媒に溶解したので、実施例1と同様に、これを ^1H -核磁気共鳴分析に供し、そのスペクトルから第1表に示す如く、 $\text{SiH}_A/\text{SiH}_B = 7.8$ 、 $(\text{SiH}_A + \text{SiH}_B)/\text{NH} = 3.1$ の結果を得た。このデータから算出される1分子中の SiH_2 基の数は、0.97でありこのことから、1分子中に SiH_2 基は多くとも1個しか存在しないということがわかつた。又、得られたポリシラザンの蒸気圧降下法によつて測定した分子量は552と小さく粘性も低いため、室温で固化するのに2日～5日も要し、本発明の場合とは異なり室温で賦形化するのは困難であつた。

以上、実施例1、2及び比較例のポリシラザンに対する ^1H -核磁気共鳴スペクトルの分析結果をまとめると、次の第1表に示すようになる

第 1 表

^1H -核磁気共鳴(比)

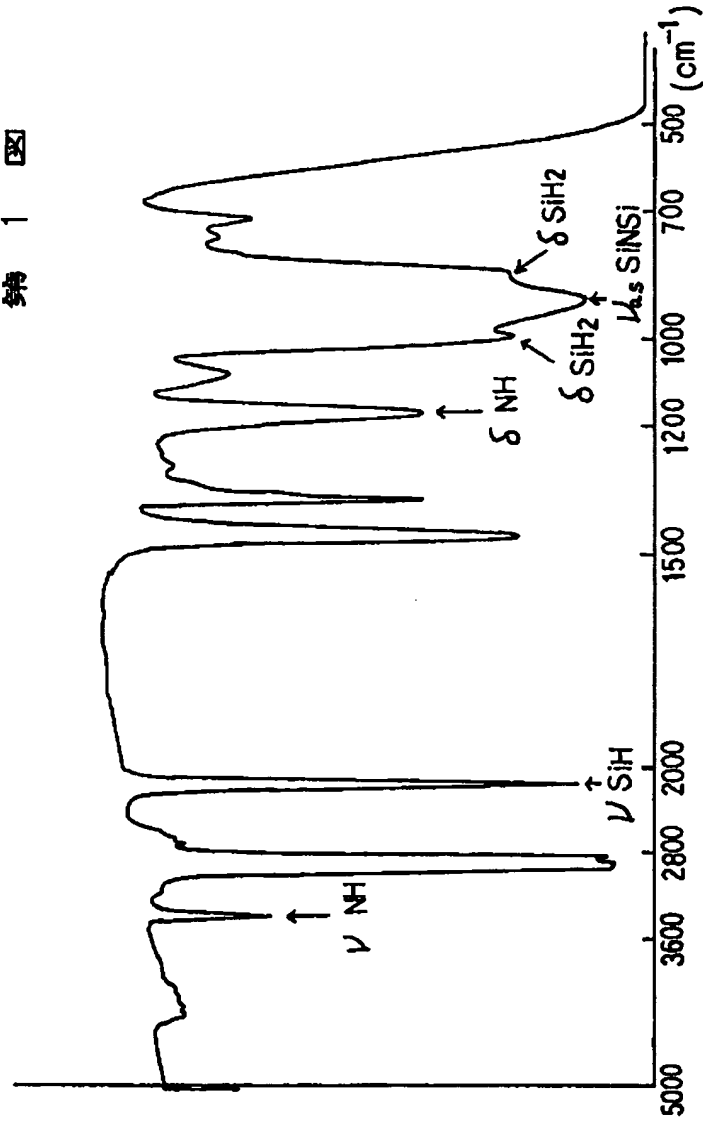
	$\text{SiH}_A/\text{SiH}_B$	$(\text{SiH}_A + \text{SiH}_B)/\text{NH}$	1分子中の SiH_2 基の数	分子量
実施例1	3.7	4.8	7.1	2000
実施例2	2.9	4.5	3.9	870
比較例1	7.8	3.1	0.97	552

第1表から明らかなように、本願ポリシラザンは、従来のものに比し、分子量が大きいばかりでなく、1分子中の SiH_2 基の数も多く、これらの特異な構造上の相違が賦形性に富むという従来にない優れた物性をうみ出したものと思われる。

図面の簡単な説明

第1図は、本発明で得られた無機ポリシラザンのヌジヨール法による赤外吸収スペクトルである。第2図は、本発明で得られた無機ポリシラザンのNMRスペクトルである。

第 1 図



(8)

特公 昭 63-16325

第 2 图

